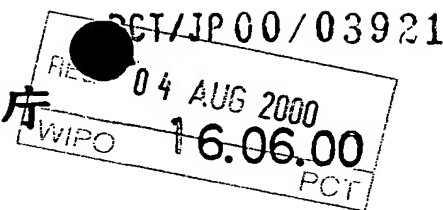


4

日本国特許庁  
PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日

Date of Application:

1999年 6月16日

出願番号

Application Number:

平成11年特許願第169565号

出願人

Applicant(s):

花王株式会社

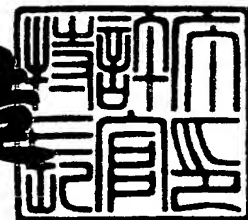
PRIORITY  
DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2000年 7月21日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2000-3057370

【書類名】 特許願

【整理番号】 KAP99-0591

【提出日】 平成11年 6月16日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C11D 1/00

【発明者】

    【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

    【氏名】 伴 武

【発明者】

    【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

    【氏名】 窪田 輝夫

【発明者】

    【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

    【氏名】 山口 修

【発明者】

    【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

    【氏名】 西條 宏之

【発明者】

    【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

    【氏名】 山下 博之

【特許出願人】

    【識別番号】 000000918

    【氏名又は名称】 花王株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100095832 氏

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 細田 芳徳

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 050739

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9200353

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 粒状洗剤組成物

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 界面活性剤、水不溶性無機物及び水溶性塩類を含有する嵩密度が 5 0 0 g / L 以上の粒状洗剤組成物であって、式 ( 1 ) に示す指数 K が 2 3 0 以下である洗剤組成物。

$$K = P \times \exp ( 0 . 1 3 5 \times D ) \quad ( 1 )$$

〔但し、P は進入圧 ( g f / c m ) 、D は Δ 落下率 ( % ) を示す〕

【請求項 2】 進入圧 P が 1 0 0 g f / c m 以下である請求項 1 記載の洗剤組成物。

【請求項 3】 Δ 落下率 D が 2 0 % 以下である請求項 1 又は 2 記載の洗剤組成物。

【請求項 4】 粉粒体落下速度分散 V が 2 . 0 以下である請求項 1 ～ 3 いずれか記載の洗剤組成物。

【請求項 5】 発塵量が 5 0 C P M 以下である請求項 1 ～ 4 いずれか記載の洗剤組成物。

【請求項 6】 請求項 1 ～ 5 いずれか記載の洗剤組成物を収容した容器と、該洗剤組成物の計量に用いるスプーン型計量器とを備えてなる洗剤物品。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は、粒状洗剤組成物に関する。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

1 9 8 7 年に始まった粉末洗剤の高密度化は、スプーンによる計量方法と併せて、使用者の使い勝手を大幅に改善し、また輸送効率の向上や流通・家庭における置き場体積の減少等に大きな利点をもたらしたことで、短期間の内に地球規模で普及した。

【 0 0 0 3 】

粉末洗剤の高密度化技術は、近年集中的に取り組まれているが、その技術課題の主眼は、『いかに高密度化するか』と、高密度化によって生じるケーキング性や溶解性劣化等の問題を解決することに置かれており、洗剤粒子群の粉末物性を格段に向上させることで、消費者の使用感や使い勝手を向上させる等の試みは、ほとんどなされていなかった。例えば、従来の粉末洗剤においてはスプーンを用いて計量を行う場合、ある程度スプーンを傾けた後に突然洗剤粒子が流れ落ちるなど、スプーンからの洗剤粒子の流れ出しが連続的でないために計量目盛りに洗剤を合わせ難いばかりか、計量目盛りに合わせる為に何度も掬い取り動作をすることによりスプーン掬い取り部への洗剤粒子の充填構造が変化し正確な計量を行うことが困難であった。

#### 【0004】

さらに、洗剤粒子の流れ出しが連続的でない洗剤は、洗剤を洗濯機に投入する際に塊として投入されることが多く、その結果、注水前に洗剤を投入し、更に低浴比及び弱攪拌の洗濯を行った場合には、機械力がかからない注水時に洗剤が凝集し、さらに攪拌力が弱いために洗剤凝集体が分散しきれず、水不溶性無機塩が衣料に残留する不都合が発生しやすいといった問題を抱えていた。

#### 【0005】

##### 【発明が解決しようとする課題】

スプーン型計量器を用いて洗剤組成物を計量し、洗濯機に投入するという操作を簡便に行うためには、洗剤組成物を掬い易く、かつ、計量線に洗剤組成物を合わせ易い（以下、計量し易さという）ことが望ましい。さらに、水不溶性無機物が衣料に残留する不都合を低減するために、洗剤を洗濯機に投入する際に均一に投入し易い（以下、振りまき易さという）ことが望ましい。また、さらさらした粉の感じは使用者にとって快いものである。

#### 【0006】

本発明の課題は、洗剤組成物の粉末物性を格段に向上させることで、消費者の使用感を高め、また、使用者がスプーン等の計量器を用いて洗剤を掬い取る際に容易に計量でき、かつ洗濯機に塊として投入されにくい為に、洗濯後の溶け残りの衣類への残留が格段に低減された粒状洗剤組成物及び該粒状洗剤組成物を収容

した洗剤物品を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは掬い易さと、計量し易さ及び振りまき易さを両立させる条件について詳細に検討を行った結果、進入圧と $\Delta$ 落下率が特定の関係にある場合に本発明の課題を解決し得ることを見出した。

【0008】

即ち、本発明は、

(1) 界面活性剤、水不溶性無機物及び水溶性塩類を含有する嵩密度が $500\text{ g/L}$ 以上の粒状洗剤組成物であって、式(1)に示す指数 $K$ が $230$ 以下である洗剤組成物、

$$K = P \times \exp(0.135 \times D) \quad (1)$$

〔但し、 $P$ は進入圧( $\text{gf/cm}$ )、 $D$ は $\Delta$ 落下率(%)を示す〕

(2) 前記(1)記載の洗剤組成物を収容した容器と、該洗剤組成物の計量に用いるスプーン型計量器とを備えてなる洗剤物品、  
に関する。

【0009】

【発明の実施の形態】

本発明における洗剤粒子とは、界面活性剤、水不溶性無機物及び水溶性塩類等を含有してなる粒子であり、洗剤粒子群とはその集合体を意味する。そして洗剤組成物は、洗剤粒子群を含有し、更に洗剤粒子群以外に別途添加された洗剤成分(例えば、ビルダー顆粒、蛍光染料、酵素、香料、消泡剤、漂白剤、漂白活性化剤等)を含有する粒状洗剤組成物を意味する。また、洗剤物品とは、洗剤組成物を容器に封入し、スプーン型計量器を備えた物品を意味する。

【0010】

1. 本発明の洗剤組成物について

(1) 界面活性剤

本発明の洗剤組成物中に配合される界面活性剤の含有量は、洗浄力、及び洗剤組成物が所望の粉末物性を得る等の点より、洗剤組成物の好ましくは $10 \sim 60$

重量%、より好ましくは 1 5 ~ 5 0 重量%、更に好ましくは 2 0 ~ 4 5 重量%である。界面活性剤は、陰イオン界面活性剤及び／又は非イオン界面活性剤を含有し、必要に応じて陽イオン界面活性剤及び両性界面活性剤を含有しても良い。

【0 0 1 1】

陰イオン界面活性剤として、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキル又はアルケニルエーテル硫酸塩、アルキル又はアルケニル硫酸塩、 $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸塩又はエステル、アルキル又はアルケニルエーテルカルボン酸塩、脂肪酸塩、アルキルリン酸塩等が挙げられる。陰イオン界面活性剤の含有量は、洗浄力の点で、洗剤組成物の好ましくは 1 ~ 5 0 重量%、より好ましくは 5 ~ 3 0 重量%である。

【0 0 1 2】

非イオン界面活性剤として、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル、ポリオキシアルキレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシアルキレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリオキシアルキレンアルキルアミン、グリセリン脂肪酸エステル、高級脂肪酸アルカノールアミド、アルキルグリコシド、アルキルグルコースアミド、アルキルアミノオキサイド、プルロニック型非イオン性界面活性剤等が挙げられる。洗浄力の点で、炭素数 1 0 ~ 1 8、好ましくは 1 2 ~ 1 4 のアルコールのエチレンオキシドの付加物、もしくはエチレンオキシドとプロピレンオキシドの混合付加物であって、アルキレンオキシド平均付加モル数 5 ~ 3 0、好ましくは 6 ~ 1 5 のポリオキシアルキレンアルキルエーテルが好ましい。非イオン界面活性剤の含有量は、洗浄力の点から洗剤組成物の 1 ~ 5 0 重量%が好ましく、5 ~ 3 0 重量%がより好ましい。

【0 0 1 3】

陽イオン界面活性剤として、アルキルトリメチルアンモニウム塩等が、両性界面活性剤として、カルボベタイン型、スルホベタイン型活性剤等が挙げられる。

【0 0 1 4】

(2) 水不溶性無機物

本発明の洗剤組成物には水軟化剤、製剤化の為の助剤（吸油基剤や表面皮膜剤

）の目的で、水不溶性無機物が好ましくは3～60重量%、より好ましくは5～50重量%、更に好ましくは10～45重量%、特に好ましくは15～40重量%、最も好ましくは20～35重量%含有される。

#### 【0015】

水不溶性無機物として、例えば、結晶性アルミノ珪酸塩、非晶質アルミノ珪酸塩、二酸化珪素、水和珪酸化合物、パーライト、ベントナイト等の粘土化合物等が挙げられ、洗浄能力や洗剤の未溶解残留物の発生を促さない理由等から、結晶性アルミノ珪酸塩が好ましい。結晶性アルミノ珪酸塩として好適なものは、A型ゼオライト（例えば、商品名：「トヨビルダー」；東ソー（株）社製）であり、金属イオン封鎖能及び経済性の点でも好ましい。ここで、A型ゼオライトの、JIS K 5101法による吸油能の値は40 mL/100 g以上であることが好ましい。その他、P型（例えば、商品名：「Doucil A24」、「ZSE064」等；いずれもCrossfield 社製；吸油能60～150 mL/100 g）、X型（例えば、商品名：「WessalithXD」；Degussa 社製；吸油能80～100 mL/100 g）、国際公開第98/42622号パンフレットに記載のハイブリッドゼオライトも好適な結晶性アルミノ珪酸塩として挙げられる。

#### 【0016】

非晶質アルミノ珪酸塩としては、長期間の保存を経ても高い溶解性を維持する（変質しない）観点から、 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ （モル比）が好ましくは4.0以下、より好ましくは3.3以下のものが好ましく、特開平5-5100号公報第4欄第34行～第6欄第16行（特に、第4欄第43～49行の吸油担体）や特開平6-179899号公報第12欄第12行～第13欄第17行、第17欄第34行～第19欄第17行に記載の性質を持つものが挙げられ、中でも、水銀ポロシメータ（島津製作所（株）製「SHIMADZU製ポアサイザ9320」）で測定される孔径0.015～0.5  $\mu\text{m}$ の容積が0～0.7 mL/g、孔径0.5～2  $\mu\text{m}$ の容積が0.30 mL/g以上のものが好適である。

#### 【0017】

#### （3）水溶性塩類

本発明の洗剤組成物には、洗浄力向上の為、水溶性塩類が好ましくは3～60



重量%、より好ましくは5～55重量%、更に好ましくは10～50重量%含有される。水溶性塩類としては炭酸塩、炭酸水素塩、珪酸塩、硫酸塩、亜硫酸塩等の無機塩、及び、クエン酸塩、エチレンジアミン四酢酸塩等の有機酸塩を例示することができる。

## 【0018】

## (4) その他の成分

本発明の洗剤組成物には、金属イオン封鎖能や固体粒子汚れの分散能等の点で、カルボン酸基及び／又はスルホン酸基を有するカチオン交換型ポリマーの配合が好適であり、特に、分子量が1千～8万のアクリル酸－マレイン酸コポリマーの塩、ポリアクリル酸塩や特開昭54-52196号公報に記載の分子量が8百～百万、好ましくは5千～20万のポリグリオキシル酸等のポリアセタールカルボン酸塩が配合される。該カチオン交換型ポリマーは、洗浄力の点から洗剤組成物の好ましくは0.5～12重量%、より好ましくは1～7重量%、特に好ましくは2～5重量%含有される。

## 【0019】

本発明においては、常温で液体である非イオン界面活性剤が保存時に粒子から染み出して粉体層の引っ張り強度が増加したり、保存時にケーキングし易くなることを防止するために、融点45～100℃、分子量1000～30000の水溶性非イオン性有機化合物（以下、融点上昇剤という）、又はこの水溶液を配合することができる。本発明で用いることのできる融点上昇剤としては、例えば、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール等を挙げることができる。又、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、プルロニック型非イオン界面活性剤等も融点上昇剤として用いることができる。

## 【0020】

また、同様の染み出し防止の目的で、カルボン酸基又はリン酸基を有する陰イオン界面活性剤（但し、硫酸基又はスルホン酸基をさらに有するものを除く。）を配合することができる（以下、ゲル化剤という）。具体的には、脂肪酸塩、ヒドロキシ脂肪酸塩、アルキルリン酸塩等の陰イオン界面活性剤等が挙げられる。特に、炭素数10～22の脂肪酸もしくはヒドロキシ脂肪酸のナトリウム、カリ

ウム、アルカリ金属塩、アルカノールアミン等のアミン塩から選ばれる 1 種以上が溶解性の点で好ましい。

【0021】

該融点上昇剤及び該ゲル化剤を総称して染み出し防止剤という。染み出し防止剤は、非イオン界面活性剤成分 100 重量部に対し好ましくは 1～100 重量部、より好ましくは 5～50 重量部、更に好ましくは 10～35 重量部の割合で配合することができる。また、染み出し防止剤として、融点上昇剤とゲル化剤の混合物を用いると、染み出し防止効果や耐ケーキング性をさらに向上させることができる。この場合、融点上昇剤のゲル化剤に対する重量比は好ましくは 10/1～1/10、より好ましくは 8/1～1/8 である。

【0022】

本発明の洗剤組成物は、カルボキシメチルセルロース、ポリエチレングリコール、及びポリビニルアルコール等の分散剤、又はポリビニルピロリドン等の色移り防止剤、過炭酸塩等の漂白剤、特開平 6-316700 号公報記載の化合物及びテトラアセチルエチレンジアミン等の漂白活性化剤、プロテアーゼ、セルラーゼ、アミラーゼ、ペクチナーゼ、リパーゼ等の酵素、ビフェニル型、スチルベン型蛍光染料、消泡剤、酸化防止剤、青味付剤、香料等を配合できる。尚、酵素、漂白活性化剤、消泡剤等が別途粒状化された粒子群は、アフターブレンドしても良い。

【0023】

2. 粉末物性について

本発明の洗剤組成物の以下に述べる粉末物性はすべて温度  $25 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 、湿度  $40 \pm 10\%$  の恒温室内で測定を行った場合のものである。

【0024】

(1) 高密度

JIS K3362 によって測定される本発明の洗剤組成物の高密度は、 $500\text{ g/L}$  以上という高密度であり、輸送効率の向上や使用者の簡便性の点から、 $500\text{ g/L}$  以上、好ましくは  $600\text{ g/L}$  以上、より好ましくは  $700\text{ g/L}$  以上である。又、粒子間に適度の空隙を確保すること及び粒子間接触点数の増加

を抑制することで分散性を低下させないこと等の点から、好ましくは 1 2 0 0 g / L 以下である。

【0 0 2 5】

(2) 進入圧 (P)

本発明において、スプーン型掬い取り器による掬い易さの指標として進入圧 P を用いる。本発明の洗剤組成物の進入圧 P は 1 0 0 g f / c m 以下、好ましくは 8 0 g f / c m 以下、より好ましくは 6 0 g f / c m 以下、更に好ましくは 4 0 g f / c m 以下、特に好ましくは 3 0 g f / c m 以下とされる。

【0 0 2 6】

進入圧 (P) は、以下の様に測定する。

被験洗剤組成物を J I S K 3 3 6 2 により規定されたホッパーを用いて直径 5 . 0 c m 、容積 1 0 0 m l となる金属製円筒状容器に充分量注入し、容器上部からはみ出した部分を静かに擦り切って粉体表面を水平にする。応力測定装置に、内径 3 . 0 c m 、高さ 3 . 5 c m であって内部が空洞である厚さ 1 . 5 m m の金属製の円筒状アダプターを装着し、2 . 0 c m / m i n . の速度で前記の容器に注入した粉体に鉛直方向に進入させる。円筒が 1 . 0 c m 進入した際の円筒と洗剤間に生じる応力を進入圧 P ( g f / c m ) と定義する。なお、応力測定装置としては、例えば R H E O T E C H 社製の F U D O H R H E O M E T E R などを用いることができる。また、円筒状アダプターとしては、例えば、R H E O T E C H 社製の粘稠度測定用アダプターを用いることができる。

【0 0 2 7】

(3) Δ落下率 (D)

本発明において、洗剤組成物のスプーン型計量器の計量線への合わせ易さ、及びスプーン型計量器からの洗剤組成物の振りまき易さを表す指数として、Δ落下率 (D) を用いる。Δ落下率は、ホッパーからの流動時間を用いた流動性の指標等に比べて、スプーンを傾けて洗剤組成物を投入する際の流動性の良し悪しをより正確に示す指数である。本発明の洗剤組成物のΔ落下率 D は 2 0 % 以下、好ましくは 1 4 % 以下、より好ましくは 1 2 % 以下、更に好ましくは 1 1 % 以下、特に好ましくは 1 0 % 以下、特に好ましい中でもより好ましくは 9 % 以下、特に好

ましい中でも更に好ましくは 8 % 以下とされる。

#### 【 0 0 2 8 】

Δ 落下率 (D) は以下の様に測定する。

図 1 に示すような「粉粒体の流動特性測定装置」を用いて粉粒体の流動特性測定実験を行う。この装置の詳細は、特願平 1 0 - 3 7 4 9 7 3 号の段落番号 0 0 1 1 ~ 0 0 1 6 に記載されている。粉粒体の流動特性測定装置 1 は、保持部材 2 によって保持される粉粒体 3 の流動特性を測定するもので、その保持部材 2 の支持機構 4、傾斜装置 5、傾斜測定装置 6、重量測定装置 7、及び演算装置 8 を備えている。その支持機構 4 は、ベース 1 1 上に設けられる支柱 1 2 により水平軸中心に回転可能に支持される回転部材 1 3 を有し、その回転部材 1 3 の先端に保持部材 2 が接続され、着脱可能とされている。その保持部材 2 は、図 2 ( 1 ) 及び ( 2 ) に示すように、円柱体が端面視形状が 1 / 4 円になるように分割した形状を有し、 $xx' = yy' = zz' = 4 \text{ cm}$ 、 $xy = xz = x'y' = x'z' = 5 \text{ cm}$ 、 $\angle yxz = \angle y'x'z' = 90^\circ$  であり、上部開口が粉粒体の流出部 2 a とされた中空体 ( 上記寸法は、内部径を表す ) である。また、演算装置 8 に出力装置 9 が接続されている。

#### 【 0 0 2 9 】

その傾斜装置 5 は、そのベース 1 1 上に設けられるモータ 1 6 の回転を巻きかけ電動機構 1 7、減速機構 1 8 を介して上記回転部材 1 3 に伝達し、その回転部材 1 3 を回転させることで、上記支持機構 4 により支持された保持部材 2 を設定した速度で漸次傾斜させることができる。その傾斜により、保持部材 2 に保持された粉粒体 3 を流出部 2 a から落下させることができる。そのモータ 1 6 は速度調整装置 ( 図示せず ) に接続され、その回転速度を変化させることで保持部材 2 の傾斜速度を調節できる。

#### 【 0 0 3 0 】

重量測定装置として天秤を用い、そこから A / D コンバータを用いて、演算装置に重量値を取り込む。天秤の精度は 0 . 0 1 g f オーダーのものを用いる。例えば、研精工業 ( 株 ) 製の電磁式はかり HF - 2 0 0 0 等を用いることができる。A / D コンバータはそれを通して演算装置に取り込まれた値の S N 比が 0 . 0

5以下となるようなものを用いる。

【0031】

前記装置を用いての使用方法は、特願平 1 0 - 3 7 4 9 7 3 号の段落番号 0 0 1 7 ~ 0 0 1 9 に記載の方法に準じて保持部材を漸次傾斜させて落下する粉粒体の重量を時系列に測定して  $\Delta$  落下率を求める。即ち、流出部 2 a は重量測定装置 7 の受け皿 2 0 に対して 2 0 c m の高さになるように保持部材 2 を備え付けたうえで、保持部材 2 の角度  $\theta$  を  $0^\circ$  に調整する。次に、測定試料を流出部 2 a の上方 1 0 c m の高さから漏斗を用いて流出部 2 a に充分量注入し、その後流出部 2 a からはみ出している試料を静かに擦り切って除去する。保持部材 2 を 1 秒間に 6.  $0^\circ$  の角速度で回転させ、保持部材 2 の角度  $\theta$  が  $0^\circ$  から  $180^\circ$  となるまで回転させる。その間、重量測定装置 7 にて 8 0 分の 1 秒ごとに試料（粉粒体 3）の落下重量の測定を行い、その時の  $\theta$  と落下重量を逐次記録する。

【0032】

そして、測定試料の全重量に対する、保持部材 2 の傾斜角度  $\theta$  における測定試料の落下重量の比を角度  $\theta$  における落下率（％）と定義し、これを  $Y(\theta)$  とする。次に基準粉体についても同様に落下率（％）を求め、これを  $X(\theta)$  とする。ただし、ノイズの低減を行うために、以下のデータ処理を行って保持部材の傾き  $\theta$  に対する落下率を定義する。

角度  $\theta$  における落下率は、角度  $(\theta - 2.925)^\circ$  から角度  $\theta$  までの計 4 0 点分の落下重量の測定値の平均値を角度  $\theta$  における落下重量とし、測定試料の全重量に対する、角度  $\theta$  における落下重量の比を角度  $\theta$  における落下率（％）と定義する。

【0033】

ここで、落下率の差すなわち  $X(\theta) - Y(\theta)$  を  $50^\circ \leq \theta \leq 110^\circ$  について求め、その値の平均値を  $\Delta$  落下率（D）（％）と定義する。また、基準粉体としては、 $20^\circ\text{C}$  における比重 2. 5、屈折率 1. 5、球形度 1 2 0 ~ 1 3 0 であるガラスビーズを J I S Z 8 8 0 1 に規定される篩を用いて 4 2 5 ~ 5 0 0  $\mu\text{m}$  に分級し、十分に清浄・乾燥したものを用いる。該基準粉体は嵩密度が 1 4 0 0 ~ 1 5 0 0 g/L、流動性は 4. 4 ~ 4. 7 秒である。ガラスビーズとし

ては、例えば、IUCHI社製ガラスビーズBZ-04を用いることができる。

【0034】

#### (4) 指数K

本発明においては、スプーン型計量器を用いて、洗剤組成物を掬い取り、計量し、投入するという一連の動作のし易さを総合的に表す指数として式(1)に示す指数Kを導入する。

$$K = P \times \exp(0.135 \times D) \quad (1)$$

〔但し、Pは進入圧(gf/cm)、DはΔ落下率(%)を示す〕

【0035】

本発明の洗剤組成物の指数Kは、230以下、好ましくは200以下、より好ましくは170以下、より好ましくは150以下、より好ましくは130以下、より好ましくは110以下、特に好ましくは100以下とされる。

【0036】

#### (5) 粉粒体落下速度分散(V)

本発明の洗剤組成物の粉粒体落下速度分散(V)は、2.0以下、好ましくは1.5以下、より好ましくは1.0以下、より好ましくは0.8以下、特に好ましくは0.6以下とされる。

【0037】

粉粒体落下速度分散Vは以下のようにして測定する。

Δ落下率の測定に用いたのと同じの「粉粒体の流動特性測定装置」を用いて粉粒体の流動特性測定実験を行う。具体的な操作は、前記のΔ落下率の測定の場合と同様に、流出部2aは重量測定装置7の受け皿20に対して20cmの高さになるように保持部材2を備え付けたうえで、保持部材2の角度θを0°に調整する。次に、測定試料を流出部2aの上方10cmの高さから漏斗を用いて流出部2aに充分量注入し、その後流出部2aからはみ出している試料を静かに擦り切って除去する。保持部材2を1秒間に6.0°の角速度で回転させ、保持部材2の角度θが0°から180°となるまで回転させる。その間、重量測定装置7にて80分の1秒ごとに試料(粉粒体3)の落下重量の測定を行い、その時のθと落下重量を逐次記録する。

【0038】

そして、保持部材 2 の傾斜角度  $\theta$  における落下率の微分値を角度  $\theta$  における落下速度（%/deg.）と定義し、これを  $v(\theta)$  とする。但し、ノイズの低減を行うために、以下のデータ処理を行って保持部材の傾き  $\theta$  に対する落下率、落下速度を定義する。

角度  $\theta$  における落下率は、角度  $(\theta - 2.925)^\circ$  から角度  $\theta$  までの計 40 点分の落下重量の測定値の平均値を角度  $\theta$  における落下重量とし、測定試料の全重量に対する、角度  $\theta$  における落下重量の比を角度  $\theta$  における落下率（%）と定義する。

角度  $\theta$  における落下速度は、角度  $(\theta - 0.675)^\circ$  から  $(\theta + 0.675)^\circ$  までの計 19 点に関して横軸に角度、縦軸に先述の落下率（%）をプロットし、最小自乗法を用いて得られる直線の傾きの値（%/deg.）と定義する。また、前記最小 2 乗近似直線の傾きの値は、J I S Z 8901 に準じて求めることができる。

【0039】

ここで保持部材 2 の傾斜角度  $\theta$ （°）に対して試料粉体の落下速度  $v(\theta)$ （%/deg.）を測定し、試料粉体の落下率  $Y(\theta)$  が 1% から 99% の間となる  $\theta$  に対して  $v(\theta)$  の値の分散を以下の式により計算し、これを粉粒体落下速度分散  $V$  と定義する。

即ち、

$$V = (n \sum (v(\theta))^2 - (\sum v(\theta))^2) / n^2$$

（ $n$  は  $Y(\theta)$  が 1% から 99% の間となるデータの総数）

と表すことができる。

【0040】

（6）流動性

本発明の洗剤組成物の流動性は、流動時間として好ましくは 7.0 秒以下、より好ましくは 6.5 秒以下、より好ましくは 6.0 秒以下、より好ましくは 5.5 秒以下、特に好ましくは 5.0 秒以下とされる。流動時間は、J I S K 362 により規定された嵩密度測定用のホッパーから、100 mL の粉末が流出

するのに要する時間とする。

【0041】

### 3. 粉末物性の調整因子について

前記の進入圧 (P)、 $\Delta$ 落下率 (D)、指数 K 及び粉粒体落下速度分散 (V) をそれぞれ所望の範囲に調整して優れた粉末物性を達成するためには、次のような調整因子が挙げられるが、これらの調整因子は進入圧 (P)、 $\Delta$ 落下率 (D)、指数 K、粉粒体落下速度分散 (V) のうちのいずれかの粉末物性、もしくは複数の粉末物性に影響を及ぼすものである。例えば、進入圧 (P) の調整因子としては、平均粒径及び球形度が、また、 $\Delta$ 落下率 (D) の調整因子としては、粒度分布、球形度及び粉体層の引っ張り強度が重要である。ここで特記すべきことは、これらの調整因子は互いに補完できるものであり、ある因子が十分に望ましい値でない場合でも、他の因子が特に優れている洗剤組成物では、前記の粉末物性について望ましい値に達成することが可能である。以下、調整因子について個別に述べる。

【0042】

#### (1) 平均粒径

本発明の洗剤組成物は、掬い易さ、計量性に優れ、かつ振りまき易いものである。「掬い易さ」とはスプーン型計量器を用いて洗剤組成物を掬う際に、計量器が粒子群内に進入していく時の抵抗が小さいことを意味する。抵抗を小さくするためには、粒子群の平均粒径を小さくすることによって、計量器が進入する際に粒子が移動し易くする事が重要である。ただし、平均粒径が小さくなりすぎると粒子同士の凝集力が高くなり、流動性が悪化する。そこで、本発明の洗剤組成物の平均粒径 (e) は、掬い易く、かつ良好な流動性を得るために、好ましくは 150~600  $\mu\text{m}$ 、より好ましくは 180~550  $\mu\text{m}$ 、より好ましくは 200~500  $\mu\text{m}$ 、特に好ましくは 220~450  $\mu\text{m}$  に調整する。

【0043】

平均粒径 (e) は、JIS Z 8801 に規定の篩を用いて求める。例えば、目開きが 2000  $\mu\text{m}$ 、1400  $\mu\text{m}$ 、1000  $\mu\text{m}$ 、710  $\mu\text{m}$ 、500  $\mu\text{m}$ 、355  $\mu\text{m}$ 、250  $\mu\text{m}$ 、180  $\mu\text{m}$ 、125  $\mu\text{m}$  である 9 段の篩と受け皿



を用い、ロータップマシーン（HEIKO SEISAKUSHO製、タッピング：156回／分、ローリング：290回／分）に取り付け、100gの試料を10分間振動して篩い分けを行った後、受け皿、125 $\mu$ m、180 $\mu$ m、250 $\mu$ m、355 $\mu$ m、500 $\mu$ m、710 $\mu$ m、1000 $\mu$ m、1400 $\mu$ m、2000 $\mu$ mの順番に受け皿及び各篩上に重量頻度を積算していくと、積算の重量頻度が50%以上となる最初の篩の目開きをa $\mu$ mとし、またa $\mu$ mよりも一段大きい篩の目開きをb $\mu$ mとした時、受け皿からa $\mu$ mの篩までの重量頻度の積算をc%、またa $\mu$ mの篩上の重量頻度をd%とした場合、

式：e（平均粒径）=10(50-(c-d/(log b-log a) x log b))/(d/(log b-log a))

にしたがって求めることができる。

なお、用いる篩は測定粉体の粒度分布を正確に見積もることが出来るように適宜調整する。

【0044】

## （2）球形度（C）

スプーン型計量器が進入する際に粒子が移動し易くなるためには、粒径を小さくするだけでなく、粒子を球形に近づけることも効果的である。また、球形に近い粒子は計量し易さ、振りまき易さにも優れる。そこで、本発明の洗剤組成物の球形度Cは、好ましくは100～160、より好ましくは100～155、より好ましくは100～150、より好ましくは100～145、より好ましくは100～140、特に好ましくは100～135に調整する。

【0045】

洗剤組成物の球形度Cは、以下のようにして測定する。

顕微鏡を用いて粒子像を撮影し、撮影した粒子画像に関して、その粒子画像の面積に対する、前記粒子画像に外接する円の面積の比を測定し、その値に100を乗じた値がその粒子の球形度である。粒度分布を正確に反映するように500個以上の粒子を選定し、その全ての粒子に関して上記の測定を行い、その平均値をもってその洗剤組成物の球形度Cとする。上記測定において、顕微鏡としては、例えばKEYENCE社製デジタルマイクロスコープVH-6300を用いる

ことができる。また、球形度の測定には例えばNikon社製画像解析システムLUZEX 2Dなどを用いることもできる。

【0046】

### (3) 粒度分布

$\Delta$ 落下率を小さくするためには、充填率の値は小さい方がよい。粉体の充填率に関しては、粉体の様々な因子が影響を及ぼすが、中でも重要な因子は、粉体の粒度分布である。粒径の分布が狭い粉体ほど、充填率の値は低く、 $\Delta$ 落下率は小さくなる。粉体の粒度分布の広さを表す指数として、ロジンラムラー分布の分布指数Zが挙げられる。Zの値が大きいものほど粒度分布が狭い。

本発明の洗剤組成物のロジンラムラー分布の分布指数Zは、良好な計量線への合わせ易さ、振りまき易さを得るために、好ましくは1.8以上、より好ましくは2.0以上、より好ましくは2.2以上、より好ましくは2.4以上、特に好ましくは2.6以上に調整する。

【0047】

ロジンラムラー分布の分布指数Zは、JIS Z 8801に規定の篩を用いて求める。例えば、目開きが $2000\mu\text{m}$ 、 $1400\mu\text{m}$ 、 $1000\mu\text{m}$ 、 $710\mu\text{m}$ 、 $500\mu\text{m}$ 、 $355\mu\text{m}$ 、 $250\mu\text{m}$ 、 $180\mu\text{m}$ 、 $125\mu\text{m}$ である9段の篩と受け皿を用い、ロータップマシーン（HEIKO SEISAKUSHO製、タッピング：156回/分、ローリング：290回/分）に取り付け、100gの試料を10分間振動して篩い分けを行った後、篩の目開きをXとし、また各篩上の積算篩上重量%をYとし、 $\log X$ に対して $\log \cdot \log (100/Y)$ をプロットした時の最小2乗近似直線の傾きの値とする。ただし、Yが5%以下及びYが95%以上となる点は上記プロットからは除外する。

なお、用いる篩は測定粉体の粒度分布を正確に見積もることが出来るように適宜調整する。

【0048】

なお、各篩上の積算篩上重量% Yは、それぞれの篩の径以上の篩上の粒子の重量頻度を合計することにより、求めることができる。また、前記最小2乗近似直線の傾きの値は、JIS Z 8901に準じて求めることができる。

【0049】

## (4) 微粉率

Δ落下率を小さくするためには、微粉率の値を小さくすることが有効である。本発明において、微粉率とは洗剤組成物中の粒径  $125\mu\text{m}$  以下の粒子群の重量%を指す。本発明の洗剤組成物の微粉率は、好ましくは10%以下、より好ましくは8%以下、より好ましくは6%以下、特に好ましくは4%以下に調整する。

【0050】

また、洗剤投入時に起こり得る問題として、微粉の粉立ちを挙げることができる。洗剤投入時に微粉が空気中に漂うことにより、使用者がむせたりして不快な思いをすることがある。本発明の洗剤組成物の発塵量Fは好ましくは50CPM以下、より好ましくは20CPM以下、より好ましくは10CPM、より好ましくは5CPM、最も好ましくは0CPMとされる。発塵量低減のためには、粒径  $15\mu\text{m}$  以下の微粉の量を低減することが重要である。

【0051】

発塵量(F)は以下のように定義される。

内径が1.7cmで開口部が開閉可能な漏斗に各粉体を100ml入れ、無風の部屋に設置して40cmの高さから各粉体を落下させる。その際に粉体の落下地点の中心から水平方向に10cm離れた場所に設置したレーザー式発塵量測定器を用いて粉体落下時点から1分間に計測された計測数を発塵量F(CPM)と定義する。レーザー式発塵量測定器としては、柴田科学機械工業株式会社のレーザー粉塵計ダストメイトLD-1型等を用いることができる。

【0052】

## (5) 粉体層の引っ張り強度

Δ落下率を小さくするためには、粒子同士の相互作用力を低減することが最も直接的である。粉体の相互作用力の指数として、粉体層同士の相互作用力である粉体層の引っ張り強度を用いることができる。本発明の洗剤組成物の粉体層の引っ張り強度Tは粒子同士の相互作用を低減し、Δ落下率を小さくするために、好ましくは30mN以下、より好ましくは20mN以下、より好ましくは15mN以下、より好ましくは10mN以下、特に好ましくは5mN以下に調整する。

## 【0053】

粉体層の引っ張り強度（T）は、粉体の付着力及び凝集力の大きさを表すものであり、例えばホソカワミクロン社製のCOHETESTER MODEL C T-I Iを用いることによって求めることができる。COHETESTERとは、円筒状で、中心で水平方向に2分割されるセルに試料粉体を注入し、鉛直方向に荷重を一定時間、均等に負荷した後、荷重を取り除き、セルを左右に牽引した際の応力を測定することによって粉体層同士の相互作用の大きさを測定することのできる機械である。粉体層の断面積が $10.0\text{ cm}^2$ となるように試料粉体を注入し、その上に $1.00\text{ kg}$ の荷重を均等に負荷する。10分間の後に荷重を取り除き、水平方向に引っ張った際の応力の最大値を粉体層の引っ張り強度T（mN）とする。

## 【0054】

## （6）粒子の表面状態

粒子同士の相互作用力を低減し、 $\Delta$ 落下率を小さくするためには、粒子の表面状態も無視することはできない。粒子表面が平滑な粒子は粒子間に働く摩擦力が小さいため、 $\Delta$ 落下率は小さくなる。

## 【0055】

## 4. 製造法について

本発明の洗剤組成物は、進入圧（P）及び $\Delta$ 落下率（D）を特定の関係に制御することにより得ることができる。具体的には前記の粉末物性の各調整因子を下記方法（1）～（6）に例示される方法のいずれか又はこれらの組合せによって達成することができる。

## 【0056】

## （1）平均粒径の制御方法

平均粒径の制御方法としては、例えば篩による分級や風力分級といった粗粒や微粉を何らかの方法で処理する工程等が挙げられる。また、予め平均粒径と粒度分布の制御された噴霧乾燥粒子に液状の界面活性剤を担持させるといった製造法も有効な方法として挙げられる。

## 【0057】

## (2) 球形度の制御方法

球形度の制御に関しては、例えば粒子製造工程及び得られた洗剤粒子を塑性変形させたり、粒子の角を削るといった球形化处理を施す方法や、別の方法として、洗剤原料にできるだけ球形度の良好な顆粒を使用し、且つその形状を維持したまま造粒するといった方法がある。具体的な方法として特公昭41-563号公報記載の円筒状整粒室の底面部に回転体を設けて高速に回転するようにし、側壁は静止状態或は回転体と反対方向に回転させる方法、特開平2-232300号公報記載の放射状の突起を有する回転テーブルを用いて周方向の力により連続造粒する方法、特開昭62-598号公報記載の容器内で壁面に沿う気体旋回流に洗剤組成物を同伴させて機壁と接触、衝突させる方法、W095/26394号記載の容器回転型混合機内で生じる粒子同士の接触による剪断力を利用して球形度を高める方法がある。また、予め球形度の制御された噴霧乾燥粒子に液状の界面活性剤を担持させるといった製造法も有効な方法として挙げられる。

【0058】

## (3) 粒度分布の制御方法

平均粒径の制御方法と同様である。また一旦分級した粒子を適宜ブレンドすることにより制御できる。

【0059】

## (4) 微粉率の制御方法

平均粒径の制御方法と同様に、篩による分級や風力分級等により微粉を除去する工程を行う。また、粉碎工程を有する製法においては、微粉率が増加する傾向にあり、細心の注意を払うことが好ましい。

【0060】

## (5) 粉体層の引っ張り強度の制御方法

粉体層の引っ張り強度の制御に関しては、洗剤粒子同士の付着力を低減することが好ましい。付着力の低減方法として①粒子表面の機械的处理、②活性剤の染み出し抑制の為の化学的处理が挙げられる。機械的处理法としては、例えば微粉体（一般的には超微粉体）で粒子表面を被覆したり、更にはW095/26394号記載の装置を用いて粒子間に弱い剪断力を作用させて粒子表面の粗さ（凹凸）を小さく

する方法等がある。また、平均粒径、粒度分布、球形度を制御することにより粒子の接触点数を低減する方法等もある。化学的处理法としては、例えば液状活性剤の融点上昇剤の添加や液状活性剤とラメラ配向をとり得る陰イオン界面活性剤の添加による方法等があり、また、水溶性のポリマー等で表面をコーティングする方法等もある。

【0061】

#### (6) 粒子の表面状態の制御方法

粉体層の引っ張り強度の制御方法と同様に、微粉体（一般的には超微粉体、好ましくは $5\mu\text{m}$ 以下で粒度分布のシャープなもの）で粒子表面を被覆したり、更には上述のような粒子間に強い剪断力を作用させて粒子表面を平滑化する方法等がある。

【0062】

#### 5. 洗剤物品について

本発明により、本発明の洗剤組成物を収容した容器と、該洗剤組成物の計量に用いるスプーン型計量器とを備えてなる洗剤物品が提供される。本発明の洗剤物品は、スプーン型計量器による掬い易さと、計量し易さ及び振りまき易さを両立させたものであり、スプーン型計量器を用いた操作において使用者にさらさらした粉の感じを与えるものである。

【0063】

#### 【実施例】

##### 調製例 1

直鎖アルキル（炭素数10～13）ベンゼンスルホン酸カリウム 14 重量部、アルキル（炭素数14～16）硫酸ナトリウム 8 重量部、ポリオキシエチレン（EO平均付加モル数 8）アルキル（炭素数12～14）エーテル 1 重量部、石鹼（炭素数14～20） 7 重量部、4 A型ゼオライト 10 重量部、1号珪酸ナトリウム 1 重量部、炭酸ナトリウム 5 重量部、炭酸カリウム 16 重量部、芒硝 1. 1 重量部、亜硫酸ナトリウム 1. 5 重量部、ポリアクリル酸ナトリウム（平均分子量 1 万） 2 重量部、ポリエチレングリコール（平均分子量 8 5 0 0） 2 重量部、蛍光染料（チノパール CBS-X 0. 2 重量部、ホワイテックス SA 0. 1 重量部）を水と混合し

て固形分 4 8 重量%のスラリーを調製した（温度 6 5℃）。これを向流式噴霧乾燥装置を用いて嵩密度約 3 2 0 g/L の粒子を得た。揮発分（1 0 5℃、2 時間の減量）は 3 %であった。次に、上記粒子 5 0 k g/H、炭酸ナトリウム（重灰）4 k g/H、結晶性珪酸塩粉末（S K S - 6 の解砕品、平均粒径 2 7  $\mu$  m）1 k g/H、ポリオキシエチレン（E O 平均付加モル数 8）アルキル（炭素数 12~14）エーテルを 3 k g/H の能力で連続ニーダー（栗本鉄工所（株）製）に連続的に添加した。ニーダー排出口に 2 軸式押出し機（ペレッターダブル：不二パウダル製）を設置して、直径約 3 m m の円柱状ペレットを得た。このペレット 1 0 0 重量部に対して、解砕助剤として粉末ゼオライト（平均粒径約 3  $\mu$  m）5 重量部を加えつつ、1 4℃の冷風を通気しながら目開き 1 . 5 m m のスクリーンを取り付けたフィッツミル（ホソカワミクロン製）により解砕造粒を行った。

## 【 0 0 6 4 】

得られた洗剤組成物について、各種の物性（平均粒径、粒度分布、球形度、粉体層引張強度、進入圧、 $\Delta$ 落下率、K 値、落下速度分散、発塵量）を測定した結果を表 1 に示す。これらの物性の測定は、前記の各項において記載した方法により行った（以下の各調製例により得られた洗剤組成物の物性の測定についても同様である）。

## 【 0 0 6 5 】

## 調製例 2

調製例 1 の洗剤組成物を篩により 1 2 5  $\mu$  m 以下の粒子群と 5 0 0  $\mu$  m 以上の粒子群を除去した。得られた洗剤組成物の物性を表 1 に示す。

## 【 0 0 6 6 】

## 調製例 3

水 4 8 0 k g、硫酸ナトリウム 2 2 2 k g、4 0 重量%のポリアクリル酸ナトリウム水溶液 1 2 0 k g、ゼオライト 3 0 0 k g からなるスラリーを噴霧乾燥に付して、得られた噴霧乾燥粒子群をベース顆粒群とした。このベース顆粒群は、平均粒径 2 5 0  $\mu$  m、嵩密度 6 5 0 g/L、担持能 2 5 m L/1 0 0 g、粒子強度 4 5 0 k g/cm<sup>2</sup>、組成（重量比）：ゼオライト/ポリアクリル酸 N a/硫酸 N a/水 = 5 0/8/3 7/5 であった。

## 【0067】

次に、界面活性剤組成物を調製した。ポリオキシエチレンアルキルエーテル 18 重量部 (5.4 kg) とポリエチレングリコール 2 重量部 (0.6 kg) とパルミチン酸 8 重量部 (2.4 kg) を混合し 80℃ に調整した。

レディデミキサー<sup>®</sup> (松坂技研<sup>®</sup> (株) 製、容量 30 L、ジャケット付) に上記記載のベース顆粒群 2.5 重量部 (9 kg) と結晶性アルカリ金属ケイ酸塩 30 (9 kg) と無定形アルミノケイ酸塩 7 重量部 (2.1 kg) を投入し、主軸 (回転数: 60 rpm) とチョッパー (回転数: 3000 rpm) の回転を開始した。尚、ジャケットに 80℃ の温水を 10 L / 分で流した。そこへ上記記載の界面活性剤組成物 2.8 重量部 (8.4 kg) を 3 分間で投入し、8 分後攪拌を停止した。次に、結晶性アルミノケイ酸塩 10 重量部 (3 kg) を投入し、60 秒間攪拌を行い排出した後に、1410  $\mu$ m の篩で粗粒子群を除いた。得られた洗剤組成物の物性を表 1 に示す。

## 【0068】

## 調製例 4

調製例 3 の洗剤組成物を篩により 12.5  $\mu$ m 以下の粒子群と 50.0  $\mu$ m 以上の粒子群を除去した。得られた洗剤組成物の物性を表 1 に示す。

## 【0069】

## 調製例 5

調製例 4 の洗剤を円筒直径 400 mm、円筒長さ 600 mm、容積 75.4 リットルのドラム型混合機に、20 kg、容積充填率で 30% を投入した。また、微粉体として結晶性アルミノケイ酸塩 0.3 kg を同時に投入した。ドラム型混合機を、フルード数 0.3 の回転数 37 rpm で 30 分間表面処理を行った。得られた洗剤組成物の物性を表 1 に示す。

## 【0070】

## 調製例 6

調製例 5 の造粒物に酵素造粒物 (ノボルディクス社製の Savinase 18T type W) を洗剤組成物中に 2 重量部となるように添加し洗剤組成物を得た。得られた洗剤組成物の物性を表 1 に示す。



## 【0071】

## 調製例 7

水 480 kg、硫酸ナトリウム 120 kg、炭酸ナトリウム 150 kg、40 重量%のポリアクリル酸ナトリウム水溶液 120 kg、ゼオライト 252 kg からなるスラリーを噴霧乾燥に付して、得られた噴霧乾燥粒子群をベース顆粒群とした。このベース顆粒群は、平均粒径  $270\ \mu\text{m}$ 、嵩密度  $580\ \text{g/L}$ 、担持能  $55\ \text{mL}/100\ \text{g}$ 、粒子強度  $250\ \text{kg}/\text{cm}^2$ 、組成（重量比）：ゼオライト／ポリアクリル酸 Na／炭酸 Na／硫酸 Na／水 =  $42/8/25/20/5$  であった。

## 【0072】

レディデミキサー（松坂技研（株）製、容量 130 L、ジャケット付）に上記記載のベース顆粒群 80 重量部（24 kg）を投入し、主軸（回転数：60 rpm）の回転を開始した。なお、チョッパーは回転させず、ジャケットに 80℃の温水を 10 L/分で流した。そこに、80℃の界面活性剤組成物 20 重量部（ポリオキシエチレンアルキルエーテル 17 重量部とポリエチレングリコール 1 重量部とパルミチン酸 Na 1 重量部と水 1 重量部の混合物：6 kg）を 2 分間で投入し、その後 5 分間攪拌を行い洗剤組成物を得た。得られた洗剤組成物の物性を表 1 に示す。

## 【0073】

## 調製例 8

調製例 7 の洗剤組成物を篩により  $125\ \mu\text{m}$  以下の粒子群と  $500\ \mu\text{m}$  以上の粒子群を除去した。得られた洗剤組成物の物性を表 1 に示す。

## 【0074】

## 調製例 9

調製例 7 の洗剤組成物 25 kg と結晶性アルミノケイ酸塩 0.8 kg を上記レディデミキサー内に投入し、主軸（回転数：120 rpm）及びチョッパー（回転数：3600 rpm）の回転を 1 分間行い排出した後、 $710\ \mu\text{m}$  の篩で粗粒子群を除いた。得られた洗剤粒子群の物性を表 1 に示す。

## 【0075】

## 調製例 1 0

調製例 9 の洗剤組成物を円筒直径 4 0 0 mm、円筒長さ 6 0 0 mm、容積 7 5 . 4 リットルのドラム型混合機に、1 5 k g、容積充填率で 3 0 % を投入した。また、微粉体として結晶性アルミノケイ酸塩 0 . 3 k g を同時に投入した。ドラム型混合機を、フルード数 0 . 3 の回転数 3 7 r p m で、2 0 分間表面処理を行った。得られた洗剤組成物の物性を表 1 に示す。

【 0 0 7 6 】

【表 1】

	調製例 1	調製例 2	調製例 3	調製例 4	調製例 5	調製例 6	調製例 7	調製例 8	調製例 9	調製例 10
平均粒径	535	329	405	355	355	361	279	290	298	295
粒度分布	1.7	2.8	2.5	3.3	3.4	3.3	3.2	3.5	3.5	3.5
球形度	156	152	148	148	139	139	143	142	141	137
粉体層引張強度	12	6	14	12	10	10	53	48	2	0
進入圧	98	41	37	31	25	26	23	23	23	20
△落下率	18.0	12.5	16.0	12.2	10.8	10.9	18.0	16.9	8.9	7.2
K値	1120	222	320	161	107	113	261	225	76	53
落下速度分散	1.67	0.97	1.55	1.02	0.73	0.76	2.32	1.85	0.55	0.32
発塵量	802	10	3	0	0	0	0	0	0	0

【0077】

ここで、ポリオキシエチレンアルキルエーテルとしては、花王（株）製、商品名：エマルゲン 108 KM、（エチレンオキサイド平均付加モル数：8.5、アルキル鎖の炭素数：12～14、融点：18℃）を、ポリエチレングリコールとしては、花王（株）製、商品名：K-PEG6000（平均分子量：8500、融点：60℃）を、パルミチン酸としては花王（株）製、商品名：ルナックP-

9 5 を、パルミチン酸Naとしては上記パルミチン酸を苛性ソーダにて中和したものを用いた。

結晶性アルミノケイ酸塩としては、ゼオライト 4 A 型（平均粒径：3. 5  $\mu$  m）を、無定形アルミノケイ酸塩としては、特開平 9 - 1 3 2 7 9 4 号公報記載の調製例 2 を平均粒径 18  $\mu$  m に粉碎したものを、結晶性アルカリ金属ケイ酸塩としてはクラリアント社製の Na - S - K - S - 6 を 2 3  $\mu$  m に粉碎したものをを用いた。

【0 0 7 8】

#### 試験例 1

各調製例により得られた洗剤組成物について、スプーンを用いた計量のし易さを以下のように評価した。

洗剤組成物を縦 1 0 c m、横 1 5 c m、高さ 1 0 c m の箱に 1 0 0 0 m L 入れた。縦 5. 0 c m、横 3. 5 c m、深さ 3. 0 c m の計量部を持ち、柄の長さが 5. 5 c m であるスプーン型計量器を用いて、前記の箱から洗剤組成物を掬い取り、できるだけ正確に計量部の底から 2. 5 c m の高さにある計量線に洗剤組成物を合わせる操作を 1 0 秒以内という制限付きで行い、計量された洗剤組成物の重量を測定した。

【0 0 7 9】

上記測定を 1 0 回行い、1 0 回分の測定値の標準偏差を  $\sigma$ 、平均値を E とした際に、 $\sigma / E$  の値が小さい洗剤組成物ほど正確に計量できることとなる。掬い方及び計量の仕方に個人差がある事を考慮し、1 0 人のパネラーに上記実験を行ってもらい、1 0 人分の  $\sigma / E$  の平均値を求めた。各々の洗剤組成物についてその結果を表 2 に示す。

【0 0 8 0】

【表 2】

	調製例 1	調製例 2	調製例 3	調製例 4	調製例 5	調製例 6	調製例 7	調製例 8	調製例 9	調製例 10
( $\sigma/E$ ) x100	5.3	3.1	5.0	3.2	2.7	2.8	5.8	4.6	2.0	1.8

【0081】

## 試験例 2

各調製例により得られた洗剤組成物について、洗濯機への均一な投入のし易さを以下のように評価した。洗剤組成物を前記スプーンに掬い取り、約 40 mL となるよう計量した。水平な台の上に置かれた直径 50 cm の円状の紙の上に、ス

ブーンに計量された洗剤組成物をそのスプーンを用いて、紙の 5 0 c m 程度上方からなるべく均一に散布されるように留意して落下させた。均一な投入の具合を下記評価基準で目視判定した。

【 0 0 8 2 】

- 1 : ほぼ均等に散布されている。
- 2 : およそ 2 0 % 以内の部分が塊として存在する。
- 3 : およそ 2 0 ~ 4 0 % 程度の部分が塊として存在する。
- 4 : およそ 4 0 ~ 6 0 % 程度の部分が塊として存在する。
- 5 : ほぼ全てが塊として存在している。

洗剤組成物の塊が多く存在しているものほど、溶け残りの起き易い条件となる。上記実験及び判定を 1 0 人のパネラーがそれぞれ 1 0 回行い、計 1 0 0 回分の判定値の平均値を求めた。その結果を表 3 に示す。

【 0 0 8 3 】

【表 3】

調製例 10	1.2
調製例 9	1.4
調製例 8	3.4
調製例 7	3.9
調製例 6	1.8
調製例 5	1.8
調製例 4	2.1
調製例 3	3.5
調製例 2	1.9
調製例 1	3.7
判定平均値	

【0 0 8 4】

## 試験例 3

各調製例により得られた洗剤組成物について、パネラー 10 人に洗剤組成物の粉の様子について感想を聞いたところ、調製例 1、3、7 により得られた洗剤組成物に関しては、粉が流れにくい、計量がしにくい、等と答え、特に調製例 1 に関しては、掬うときにガリガリする、粉立ちして鼻につく等と答えたのに対し、

調製例 2、4～6、8～10 により得られた洗剤組成物に関しては、粉が掬い易い、さらさらしていて気持ちがいい、とほとんどのパネラーが答え、全員が調製例 2、4～6、8～10 により得られた洗剤組成物が優れていると答えた。

以上より、粉末物性を格段に向上させることで、商品の魅力を十分に高めることができたことが明らかとなった。

【0085】

#### 試験例 4

調製例 3 と 5 により得られた洗剤組成物について実際に洗濯機で洗濯を行った場合の溶け残りの様子を次のように評価した。

日立（株）製、全自動洗濯機「水かえま洗科 NW-8P5」の洗濯槽に木綿の黒い T シャツ 4.0 kg を投入し、その上から洗剤組成物 26.7 g をスプーン型計量器を用いてなるべく均一に散布されるように留意して落下させた。

その後、5℃の水道水 40 L を 5 分かけて注入し、弱水流での洗濯 10 分、すすぎ 1 回、脱水 4 分の行程で洗濯を行った。洗濯全工程が終了した時点で洗濯した T シャツを取り出し、T シャツへの洗剤の溶け残りの具合を下記評価基準で目視判定した。

【0086】

〔評価基準〕

- 1：凝集物がない。
- 2：凝集物が殆どない（直径 3 mm 程度の塊が 1～5 個認められる）。
- 3：凝集物が少量残留している（直径 6 mm 程度の塊が認められ、直径 3～10 mm の塊が 10 個以下認められる）。
- 4：凝集物が多量に残留している（直径 6 mm を越える塊が多数認められる）。

上記実験及び判定を各洗剤組成物についてそれぞれ 10 回行い、10 回分の判定値の平均値を求めた。その結果、調製例 3 により得られた洗剤組成物は平均値が 1.1 であり、調製例 5 の洗剤組成物は平均値が 2.7 であった。

【0087】

#### 試験例 5

日本及び海外において販売されている洗剤組成物 31 種の商品について、指数



K値を求めたデータを表4に示す。

【0088】

【表4】

地域	商品	指数K	地域	商品	指数K
日本	1	295	米 国	17	821
	2	459		18	756
	3	320		19	978
	4	985		20	960
	5	1119		21	461
	6	1203		22	256
	7	916	欧 州	23	618
	8	1000		24	1134
	9	1072		25	2438
	10	1220	中 国	26	724
	11	339		27	604
	12	396		28	816
	13	1011		29	1296
	14	1173		30	369
	15	4533	豪 州	31	809
	16	1536			

【0089】

【発明の効果】

本発明により、使用者がスプーン等の計量器を用いて洗剤を掬い取る際に掬い易く、容易に計量でき、かつ洗濯機に洗剤を振りまきやすいために洗濯後の溶け残りの衣類への残留が格段に低減された極めて消費者の使用感の高い、さらさら感を有する洗剤組成物及び該洗剤組成物を収容した洗剤物品が提供される。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

図 1 は、粉粒体の流動特性測定装置の概略図である。

【図 2】

図 2 の（１）は、粉粒体の流動特性測定装置の保持部材を漸次傾斜させて粉粒体を落下させる状態を示す概略図で、図 2 の（２）は、保持部材の斜視図である。

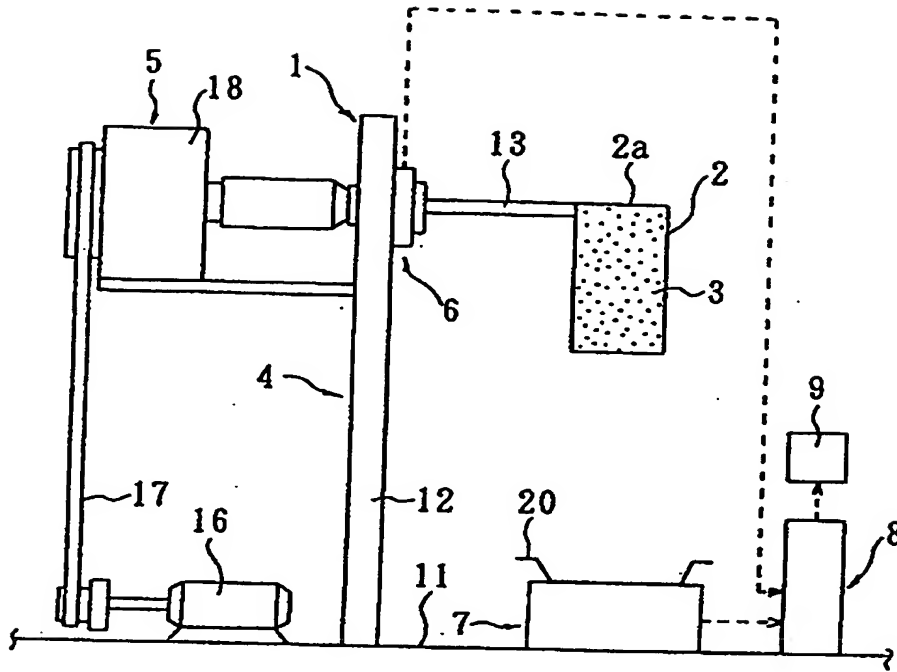
【符号の説明】

- 2 保持部材
- 2 a 流出部
- 3 粉粒体
- 7 重量測定装置
- 2 0 受け皿

【書類名】

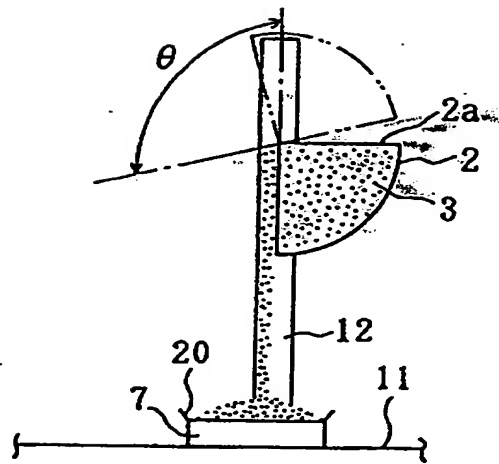
図面

【図 1】

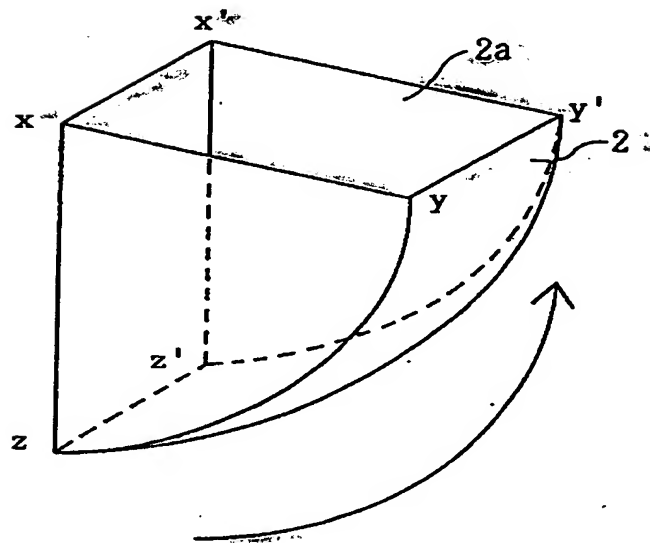


【図 2】

(1)



(2)



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

洗剤組成物の粉末物性を格段に向上させることで、消費者の使用感を高め、また、使用者がスプーン等の計量器を用いて洗剤を掬い取る際に容易に計量でき、かつ洗濯機に塊として投入されにくい為に、洗濯後の溶け残りの衣類への残留が格段に低減された粒状洗剤組成物及び該粒状洗剤組成物を収容した洗剤物品を提供すること。

【解決手段】

界面活性剤、水不溶性無機物及び水溶性塩類を含有する嵩密度が  $500 \text{ g/L}$  以上の粒状洗剤組成物であって、式(1)に示す指数  $K$  が 230 以下である洗剤組成物、

$$K = P \times \exp(0.135 \times D) \quad (1)$$

〔但し、 $P$  は進入圧 ( $\text{gf/cm}$ )、 $D$  は  $\Delta$  落下率 (%) を示す〕

並びに、前記洗剤組成物を収容した容器と、該洗剤組成物の計量に用いるスプーン型計量器とを備えてなる洗剤物品。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[000000918]

1. 変更年月日 1990年 8月24日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号  
氏 名 花王株式会社